

DOI: 10.16210/j.cnki.1007-7561.2023.04.015

张洁琼, 周明慧, 李丽, 等. 粮食中重金属无人化检测样品代表性的保障因素研究[J]. 粮油食品科技, 2023, 31(4): 111-117.

ZHANG J Q, ZHOU M H, LI L, et al. Study on sample representative guarantee factors of heavy metal in grain for unmanned detection[J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2023, 31(4): 111-117.

粮食中重金属无人化检测 样品代表性的保障因素研究

张洁琼, 周明慧, 李丽, 杨鸣赫, 王松雪✉

(国家粮食和物资储备局科学研究院, 粮油质量安全研究所, 北京 100037)

摘要: 样品代表性是确保检测结果真实性和准确性的前提, 以无人化检测应用场景为研究对象, 通过对已有无人化扦样装置样品处理中主要重金属含量检测的样品均匀性研究, 明确混匀操作和控制取样量是确保样品具有代表性的必要环节。采用染色模拟和实际样品验证相结合的方式, 对自动化扦取样品的混匀操作方式和参数, 样品粉碎后取样量和测试用样品量等关键参数进行系统研究, 获得一套保障无人化重金属检测样品代表性的最优混匀取样方案, 结果表明: 采用锚式山型桨以公转方式搅拌 100 圈或者反复混合分样 3 次, 粉碎用最小样品取样量为 150 g; 样品最大粉碎粒径为 1 mm, 最小称样量为 0.5 g。该方案适合混匀 6 kg 及以下稻谷、小麦样品中铅、镉元素的代表性检测, 研究结果为确保粮食实现无人化重金属检测结果的代表性和准确性提供技术支撑。

关键词: 无人化检测; 粮食; 重金属; 样品代表性

中图分类号: TS206.1; S-3 文献标识码: A 文章编号: 1007-7561(2023)04-0111-07

Study on Sample Representative Guarantee Factors of Heavy Metal in Grain for Unmanned Detection

ZHANG Jie-qiong, ZHOU Ming-hui, LI Li, YANG Ming-he, WANG Song-xue✉

(Cereals and Oils Quality and Safety Research Institute, Academy of National Food and Strategic Reserves Administration, Beijing 100037, China)

Abstract: Sample representativeness is the premise to ensure the authenticity and accuracy of test results. The application scenario of unmanned detection is taken as the research object. Through the research on the uniformity of major heavy metals content detection in the sample processing of unmanned sample sampler, it is clear that mixing operation and sampling control are the necessary steps to ensure the representativeness of samples. By the method of combining dyeing simulation and actual sample verification, the key parameters such as the blending operation mode and parameters, the amount of samples crushed and tested for automatic sampling were systematically studied, and an optimal blending sampling scheme was obtained to ensure the

收稿日期: 2023-03-14

基金项目: 中央级公益性基本科研业务费专项 (JY2204)

Supported by: Fundamental Research Funds of non-profit Central Institutes (No. JY2204)

作者简介: 张洁琼, 女, 1987 年出生, 硕士, 助理研究员, 研究方向为粮油质量安全监测调查。E-mail: zjq@ags.ac.cn

通讯作者: 王松雪, 男, 1977 年出生, 博士, 研究员, 研究方向为粮油质量安全检测与评价、危害物风险监测评估与预警。E-mail: wsx@ags.ac.cn

representativeness of samples for unmanned heavy metal testing. The results showed that, the anchor type mountain paddle was used to stir 100 laps in revolution mode or repeat mix and separate samples for 3 times, and the minimum sample sampling amount for crushing was 150 g. The maximum crushed particle size of the sample was 1 mm and the minimum weight was 0.5g. This scheme was suitable for the representative detection of lead and cadmium elements in rice and wheat samples less than 6 kg. The research results provide technical supports for ensuring the representativeness and accuracy of heavy metal detection results in grain.

Key words: unmanned detection; grain; heavy metal; representativeness of samples

粮食收储过程中的检验检测是保障国家粮食质量和食品安全的第一道重要关口,也是与社会稳定发展息息相关的大事。目前收储检测环节普遍存在的问题:一是扦取样品人员、检验人员工作量大;二是扦取样品过程中灰尘大,影响工作人员身体健康;三是专业化验人员少,技术力量薄弱,源头检测把关能力严重不足^[1-2]。近年来,在国家的大力支持下,不断强化基于云计算、大数据、物联网、人工智能等新数字技术在农业全产业链上的运用,实现了很多重要环节的“无人化”作业^[3-4]。粮食收储环节“无人化”检测实验室构建能很好地解决上述粮食收储检测过程中的问题,满足国家政策要求的迫切需求。在我国现行的国家标准^[5]以及相关管理办法^[6]中对包装粮食、流动粮食、零星收付粮食扦样都做了非常明确的规定,且相关样品代表性的研究报道较多^[7-10],无人化模块也易实现,经调研,粮食质量指标的无人化检测平台基本成型,其中无人化扦样、分样、混样以及样品输送系统已经整体完备,但是针对无人化模块的扦样样品代表性,包括扦样后混样、分样、输送至检测单元的样品代表性,是否可以满足粮食中重金属等安全指标检测的样品代表性要求还需要评价,这也直接关系到检验结果准确性,直接影响对整批粮食的质量安全的判定。

重金属污染一直是社会关注的热点问题,其中镉元素、铅元素被世界卫生组织国际癌症研究中心分别列为一类和 2B 类致癌物^[11-12]。《食品安全国家标准 食品中污染物限量》(GB2762—2022)^[13]中明确规定了其在谷物中的限量要求。本文选择稻谷、小麦中重金属元素铅和镉作为考察目标,对无人化检测平台样品处理模块中,影

响样品中重金属含量的混匀方式、混匀参数、粉碎用样品取样量、检测样品研磨粒径、试样称取量等直接影响样本代表性的关键点进行了系统研究,为粮食收购中重金属检测无人化实验室平台的建设提供基础数据的保障。

1 材料与方法

1.1 试剂与材料

HNO₃ (GR): 北京化工厂; 高纯 Ar(w/w ≥ 99.99%); Pb, Cd 等 29 种元素标准储备液(10 mg/kg, GBW(E)082429: 中国国家计量科学院; 标准物质全麦粉 GBW(E)100379 和标准物质糙米粉 GBW(E)100377: 国家粮食和物资储备局科学研究院; 含铅镉稻谷以及小麦样品: 国家粮食和物资储备局科学研究院采集并定值。

1.2 仪器与设备

电感耦合等离子体质谱仪 8900: 美国 Agilent 公司; 电子天平 SQP: 赛多利斯科学仪器有限公司; 微波消解仪 TOPEX+: 上海屹尧仪器科技发展有限公司; 电动离心式分样器 LXFY-II: 杭州大吉光电仪器有限公司; JFYZ-II 粮食分样器: 上海嘉定粮油仪器有限公司; 恒温粉碎机 PULVERISETTE 14: 德国 FRITSCH 公司; 高效翻转搅拌混合机 MSJ: 郑州哲科机械设备有限公司。

1.3 实验方法

1.3.1 扦取样品中重金属分布情况

目前无人化扦样体系的样品未经过混匀将直接进行分样,为了解该分样样品中铅镉含量的分布情况,筛选了不同铅镉含量梯度的小麦和糙米均匀样品,具体梯度见表 1,模拟无人化扦样系统,分别将不同梯度混合的小麦和糙米样品各

1.2 kg 不经过混匀, 分别直接分样至不同的重量 25、75、150、300、600 g, 全部研磨成粉末, 过 0.5 mm 筛, 混匀。按照 GB5009.268—2016^[14], 对样品进行微波消解前处理后, 经电感耦合等离子体质谱仪检测, 计算比较其检测值间的相对标准偏差。

表 1 梯度铅镉含量的小麦和糙米样品

Table 1 Gradient Pb and Cd content of wheat and brown rice samples mg/kg

梯度	小麦		糙米	
	Cd	Pb	Cd	Pb
1	0.024	0.025	0.032	0.022
2	0.058	0.100	0.146	0.102
3	0.382	0.505	0.317	0.310
4	--	--	0.562	--

注: --表示无此梯度样品。

-- denote no the gradient sample.

1.3.2 染色模拟污染颗粒均匀性

采用染色模拟污染颗粒方法, 更为直观考察样品均匀性。分别称取 60 g 红色麦粒加入 1 140 g 未染色麦粒 (m/m, 5%), 经过不同条件的混匀方法, 分样至 37.5、75、150、300、600 g 5 个水平取样量, 挑拣并称取其中红粒麦重量, 计算所有取样量下红麦粒重量的相对标准偏差。染色稻谷颗粒的混匀实验用以扩大实验的验证。



图 1 染色小麦、稻谷混匀后分别分样至 37.5 g、75 g

Fig.1 Dyed wheat and rice were respectively mixed and divided into 37.5 g and 75 g

1.3.3 样品混匀方法的优化

根据模块化扦样系统分样器不可活动的特点, 考察两种混匀方式, 一种为搅拌混匀, 一种为反复分样混匀。选择三类可用于颗粒样品搅拌的搅拌桨, 锚式山型桨、框式桨、锚式桨 (具体见图 2, 样品高度要略低于桨叶高度), 设置了两

种搅拌方式 (自转式和公转式, 具体见图 3) 在不同搅拌圈数下考察混合样品的均匀性。另外搅拌桨转速设定为 10 r/min, 经实验, 该转速对粮食颗粒外观几乎不造成任何损害。反复分样混匀方式为样品通过分样器反复分样以实现混匀。具体优化的参数见表 2。上述两种混匀模式在模块化扦样系统比较容易实现。

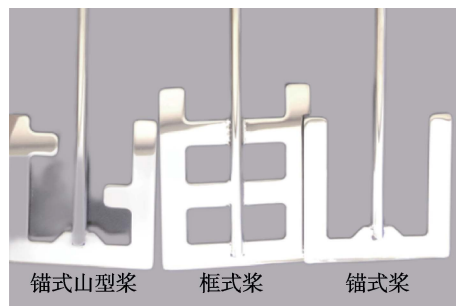


图 2 搅拌桨类型

Fig.2 Type of agitator

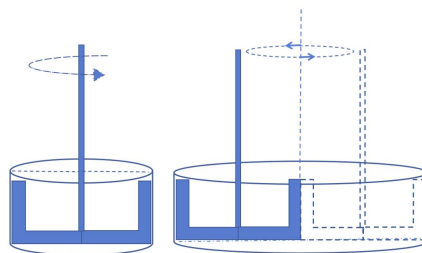


图 3 搅拌方式 (左: 自转; 右: 公转)

Fig.3 Stirring mode (left: rotation; Right: revolution)

表 2 混匀方式的优化参数

Table 2 Optimization parameters of blending mode

搅拌桨类型	搅拌方式	搅拌圈数	取样量/g	反复分样次数
锚式山型桨	自转	10	37.5	1
		30	75	
		50	150	
框式桨		100	300	3
锚式桨	公转	150	600	5
		200		

1.3.4 扩大实验

称取 150 g 红色麦粒加入 2 850 g 未染色麦粒, 称取 300 g 红色麦粒加入 5 700 g 未染色麦粒, 将整体样品量扩展到 3 kg 和 6 kg。同时增加粮食种类稻谷, 同样测试最优搅拌条件下 3 kg 和 6 kg 两个扦样量的混匀情况, 随机量取混匀后的样品 75 g、150 g、300 g 各 5 个, 挑拣并称取其中红粒

麦重量, 计算所有取样量下红麦粒重量的相对标准偏差, 以考察加大扦取样品量后不同取样量的样品均匀性。

1.3.5 样品粉碎粒径与试样称样量的优化

选择充分混匀的小麦和糙米样品, 分别研磨过 0.2、0.5、0.75、1.0、1.5、2.0 mm 筛网充分混合均匀, 每个粒径分别称取 0.2 g、0.5 g、1.0 g, 设置三个平行, 加入 5 mL 稀硝酸溶液后, 于振荡器上震荡 15 min, 12 000 r/min 离心 5 min, 取上清液 1 mL 用超纯水稀释 5~10 倍, 稀释液经电感耦合等离子体质谱仪检测^[15-16], 检测结果求平均值及相对标准偏差, 样品的具体量值以及不确定度以测定平均值 $\pm 2SD$ 计算, 以选择能保证样品代表性的最大样品研磨粒径以及最小称样量。

1.3.6 方法验证

选择铅含量呈梯度的小麦样品和镉含量呈梯度的稻谷样品, 将不等量的不同梯度的样品分别配置成两个扦样量 (2 kg, 6 kg), 作为混匀方式的方法验证组, 每个验证组设有一个对照组, 为保证对照组样品的均匀性, 对照组样品采用三维混合机混匀 6 h, 随机取 150 g; 验证组采用 1.3.3 两种最优混匀方式, 两个扦样量分别随机量取 150 g 取样量, 每个取样量保证 3 个平行, 研磨过 1.0 mm 筛, 混匀后称取 0.5 g, 设置两个平行, 样品前处理及检测按 1.3.5 操作, 检测结果求平均值及相对标准偏差, 对照组样品的具体量值及不确定度以测定平均值 $\pm 2SD$ 计算。

2 结果与分析

2.1 不经混匀直接扦取样品时重金属含量的分布情况

自动扦取的样品在不经混匀的情况下, 取样量对重金属检测的重复性具有显著影响 (见表 3), 取样量越小, 样品间的重金属含量相对标准偏差越大, 取样的代表性越差, 其中小麦中 Pb 和糙米中 Cd, 样品均匀性较差, 取样量达到 300 g, 测试重复性相对标准偏差达到 15% 以上。尤其是小麦中 Pb, 取样量达到 600 g, 测试重复性相对标准偏差仍大于 10%。粉碎大量的样品将

极大增加收购现场检测的时间和操作难度, 对粉碎设备的要求也更高。因此, 在检测粮食中重金属时, 为保障小取样量具有代表性, 需要对无人化扦取的样品进行混匀操作。

表 3 不混匀小麦和糙米样品中不同取样量铅镉含量间的相对标准偏差 ($n \geq 3$)

Table 3 Relative standard deviation of Pb and Cd contents in different samples of unmixed wheat and brown Rice ($n \geq 3$)

取样量/g	相对标准偏差 RSD/%			
	小麦		糙米	
	Cd	Pb	Cd	Pb
25	13.8	28.2	24.4	9.0
75	10.4	16.7	22.6	6.8
150	9.6	15.5	22.6	6.5
300	7.6	15.0	15.3	3.9
600	6.8	12.1	5.2	2.6

2.2 样品混匀方法的优化

选择较难混匀的小麦作为研究对象以染色模拟污染颗粒开展混匀方式的研究。经调研多家省级粮食质检站对于 30~35 t 重量级别的车装散粮, 扦样量主要集中在 2.0~2.5 kg, 而送入实验室检测重金属的样品取样量主要集中在 0.05~0.2 kg, 因受实验室混匀设备的限制并为减少挑拣染色颗粒工作量, 我们在前期摸索优化混匀条件的样品量定在 1.2 kg, 优化条件后进行扩大实验验证。

2.2.1 搅拌混匀法

2.2.1.1 搅拌桨类型的选择 粮食样品是颗粒状的, 常规颗粒样品的混匀多采用三维混合机, 但是模块化扦样系统的分样器是不可活动单元, 因此不能采用三维混合模式, 也不能使用常规的流体搅拌桨。选取常规适用的三种类型的搅拌桨, 固定搅拌圈数 10 圈, 以图 3 中公转方式搅拌小麦颗粒, 结果如图 4 所示。取样量越小, 红麦粒重量的相对标准偏差越大, 样品的均匀性越差。而在不同取样量下, 锚式山型桨的搅拌效果都比较理想, 红麦粒的重量分布比其他两个搅拌桨的要略好, 而且取样量越小, 优势越明显, 因此选取锚式山型搅拌桨进行混匀。

2.2.1.2 搅拌圈数的选择 利用锚式山型桨以图 3 中公转方式分别搅拌不同圈数后, 再分别分样至不同取样量, 挑拣并称取其中红粒麦重量, 计

算所有取样量下红麦粒重量的相对标准偏差，结果如图 5 所示。对于小的取样量 37.5 g 和 75 g，增加搅拌圈数并不能明显改善混合小麦的颗粒均匀性；对于 150 g 及以上的取样量，增加搅拌圈数至 100 圈及以上，红麦粒重量的相对标准偏差就可以控制在 5% 左右。确定最佳混匀参数为采用锚式山型桨搅拌 100 圈。

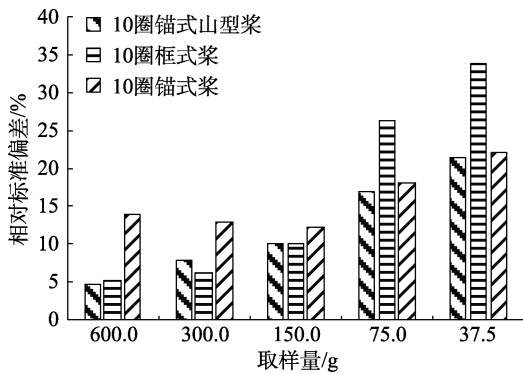


图 4 搅拌桨类型的选择 (n=3)
Fig.4 Choice of paddle type (n=3)

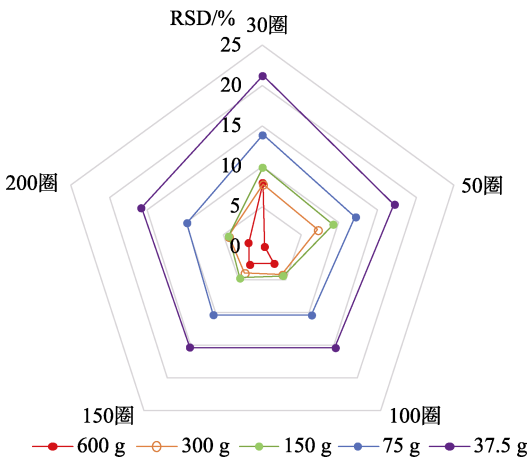


图 5 搅拌圈数的优化 (n=3)
Fig.5 Optimization of the number of stirring cycles (n=3)

2.2.1.3 搅拌方式的选择 利用锚式山型桨分别以图 3 中自转、公转方式搅拌 100 圈后，再分别分样至 37.5、75、150、300、600 g，挑拣并称取其中红粒麦重量，计算所有取样量下红麦粒重量的相对标准偏差，结果如图 6 所示。对于小的取样量 37.5 g，两种搅拌方式差异不大，相对标准偏差都大于 15%；取样量为 300 g 和 600 g 时，搅拌方式间的差异也比较小，相对标准偏差均低于 5%；而在取样量为 75 g 和 150 g 时，公转的搅拌

方式明显优于自转，公转搅拌混合小麦中红麦粒重量的相对标准偏差是自转的 1/3~1/2。因此确定选取锚式山型桨以公转模式搅拌 100 圈。

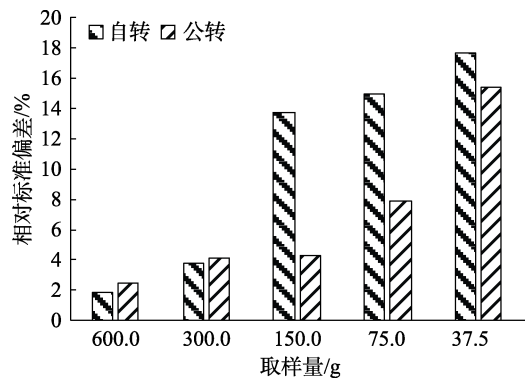


图 6 搅拌方式的选择 (n=3)
Fig.6 The choice of strring method (n=3)

2.2.2 反复分样法混匀法

在调研过程中，粮食质检站多利用分样器反复分样来实现样品混匀，且该操作也容易无人化、模块化。选择离心式分样器分别对混合染色小麦样品重复分样 1、3、5 次，结果如图 7 所示，当反复分样 3 次，取样量为 150 g 及以上时，小麦染色粒重的相对标准偏差低于 5%，即可满足样品的均匀性要求。采用钟鼎式分样器反复分样三次对取样量为 150 g 及以上的小麦颗粒均匀性进行验证，染色粒重的相对标准偏差低于 5%，同样满足样品的均匀性要求。

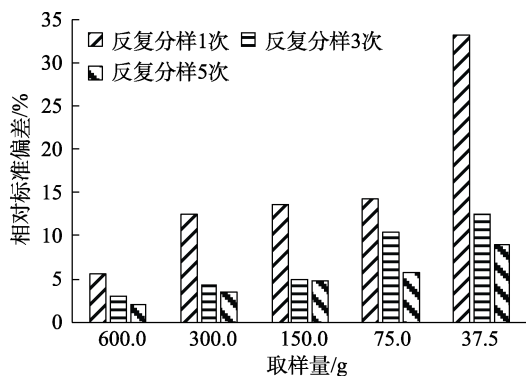


图 7 反复分样次数对不同取样量的样品均匀性的影响
Fig.7 Effect of repeated sampling times on sample uniformity of different sampling quantities

2.3 扩大实验

将 2.2 样品优化实验中的样量分别扩大 5

倍、2.5 倍，即 6 kg 和 3 kg，两个样品量分别可满足调研中大部分粮食质检站的大、小扦样量的要求。稻谷和小麦在 3 kg 和 6 kg 两个样品量按照上述优化的搅拌法和反复分样法混匀后，结果如图 8 所示。75 g、150 g、300 g 三个取样量两种混匀方式下稻谷染色粒重的相对标准偏差均低于 5%。而小麦在扩大样品量后，两种混匀方法的差别不明显；在取样量 150 g 时，染色粒重的相对标准偏差均低于 5%。实验结果表明优化的混样方式可以适用样品量 6 kg，但是要保证进入实验室检测的均匀性，需要满足一定的取样量要求，以染色颗粒的模拟实验结果来看，取样量要在 150 g 及以上均匀性更好。

2.4 样品粉碎粒径与试样称样量的优化

样品的粉碎粒径与试样称样量也是影响样品代表性的关键控制点。选取较难均匀的含镉糙米和含铅小麦，研究粉碎粒径与试样称样量的影响。

由图 9 中可以看出糙米粉粒径为 1.5 mm，称样量为 0.5 g，小麦粉粒径为 1.0 mm，称样量为 0.5 g 时，其中镉、铅含量的测定值在样品具体量值以及不确定度的范围内，且平行样品的相对标准偏差低于 5%，满足样品代表性要求。因此在实际收粮过程中，选择粒径 1.0 mm，称样量 0.5 g，即可满足稻谷、小麦同时测定铅、镉的检测要求。

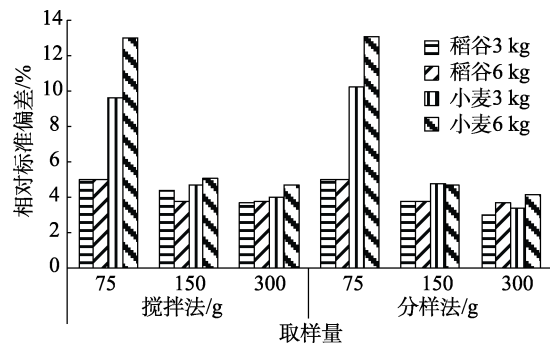
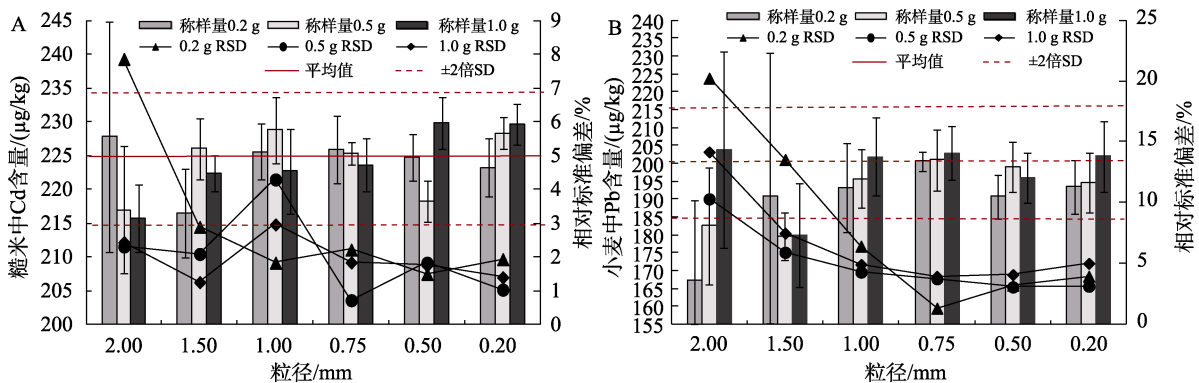


图 8 扩大实验结果

Fig.8 Expanded experimental results



注：A 为不同称样量不同粒径糙米中镉含量及相对偏差；B 为不同称样量不同粒径小麦中铅含量及相对偏差

Note: A is cadmium content and relative deviation in brown rice with different weights and diameters; B is for lead content and relative deviation in wheat with different weights and diameters

图 9 不同称样量不同粒径粮食中铅镉含量及相对标准偏差

Fig.9 Content and relative standard deviation of Pb and Cd in grains with different weights and diameters

2.5 方法验证实验

染色方法模拟的是“有”“无”两种污染水平，5%质量比模拟的是污染样品比例，实际上现场收粮的粮食重金属情况会比模拟条件复杂，但是没有模拟实验条件极端，因此增加多梯度实际样品的验证实验也很有必要。选择较难均匀的糙米镉和小麦铅梯度样品，由表 4 可知，在两个样品量下，按照两个混匀方法混匀后，验证组样品的平均值

表 4 验证结果

Table 4 Verification results

样品	验证组平均值(μg/kg)±SD		对照组 平均值±2SD
	搅拌混匀法	分样器混匀法	
糙米 Cd-2.0 kg	168.1±4.5	167.0±3.5	166.8±5.6
糙米 Cd-6.0 kg	329.6±9.3	320.2±9.7	329.2±10.3
小麦 Pb-2.0 kg	216.4±8.8	206.3±9.0	211.3±14.4
小麦 Pb-6.0 kg	212.4±9.8	220.5±10.3	218.9±11.9

均在对照组的量值范围内,说明优化的混匀方法、粉碎粒径和称样量均能有效地保证样品代表性。

3 结论

实现粮食中重金属无人化检测,对扦取样品后各流程的控制,对于保障样品代表性十分必要。本文经过对无人化扦样、分样、混样以及样品输送系统中小麦、糙米重金属 Pb、Cd 的分布研究,认为无人化检测平台在扦样后混匀过程是必要的,实验提出的混匀方案在稻谷和小麦中铅、镉均适用,混匀量从小到大均能达到希望的混匀效果,满足实际扦样量的要求。为进一步保证样品的代表性,研究得到稻谷和小麦样品中铅镉同测需要的最小粉碎用取样量、最小试样称样量和最大粉碎粒径。文中根据扦样分样器的特点提出了搅拌混匀和反复分样混匀两种方法,为无人化扦样分样设备提供了两种设计思路,而样品研磨后的混匀时间以及样品平行数也在不同程度上影响着样品代表性,可以进一步细致研究。本研究为建设粮食收购重金属检测无人化实验室平台提供了关键的基础数据,保障粮食重金属无人化检测结果的代表性和准确性,同时为其他安全指标无人化检测代表性研究提供了研究思路。

参考文献:

- [1] 张璐,刘成龙,乔皓然,等.新时期粮食高效收储与管理模式研究[J].粮油食品科技,2022,30(4):28-34.
ZHANG L, LIU C L, QIAO H R, et al. Research on efficient grain purchasing, storage and management mode in the new era[J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2022, 30(4): 28-34.
- [2] 李喜朋,沈瑾,李永磊,等.国外粮食收储技术对我国粮食收储技术发展的启示[J].粮食流通技术,2018,(6):148-153.
LI X P, SHEN J, LI Y L, et al. The enlightenments and influences of foreign countries' grain collection & storage technique to China[J]. Modern Food, 2018(6): 148-153.
- [3] 何明涛,王利丹,邢勇,等.基于地理信息系统、云平台的粮食扦样外业管理技术与模式[J].粮油食品科技,2020,28(6):130-133.
HE M T, WANG L D, XING Y, et al. A grain sampling work management technology and pattern based on GIS and cloud platform[J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2020, 28(6):130-133.
- [4] 吴建浩.张家港稻麦田作业全程“无人化”智能装备与技术模式研究[J].农业装备技术,2022,48(5):4.
WU J H. Research on the “unmanned” intelligent equipment and technology mode of rice and wheat field operation in Zhangjiagang[J]. Agricultural Equipment & Technology, 2022, 48(5): 4.
- [5] 国家标准局.粮食、油料检验扦样、分样法:GB/T 5491—1985[S].北京:中国标准出版社,1985.
National Bureau of Standards. Inspection of grain and oilseeds Methods for sampling and sample reduction: GB/T 5491—1985 [S]. Beijing: China Standards Press, 1985.
- [6] 国家粮食局.中央储备粮油质量检查扦样检验管理办法[Z].2012-12-02.
State Grain Administration. Measures for the administration of central reserve grain and oil quality check sample inspection[Z]. 2012-12-02.
- [7] 张颖,杨刚,叶森.手动扦样与电动扦样法检测玉米杂质的对比[J].粮食科技与经济,2018,43(6):73-74.
ZHANG Y, YANG G, YE S. Comparison of manual stop sampling and electric stop sampling method for detecting maize impurities[J]. Grain science and technology and economy, 2018, 43(6): 73-74.
- [8] 朱贞映,管平,许建华,等.房式仓散装粮扦样方法关键节点的优化探讨[J].粮油仓储科技通讯,2021,37(5):54-56.
ZHU Z Y, GUAN P, XU J H, et al. Discussion on the optimization of key nodes of bulk grain sampling method in room warehouse [J]. Liangyou Cangchu Keji Tongxun, 2021, 37(5): 54-56.
- [9] 骆倩,宁晖,袁向星,等.电动散装粮食扦样器扦样代表性研究[J].粮油食品科技,2018,26(1):73-83.
LUO Q, NING H, YUAN X X, et al. Study on the sample representativeness of electric sampler for bulk grain[J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2018, 26(1): 73-83.
- [10] 聂煌.扦样因素对样品代表性影响的研究[J].科学技术创新,2020(2):30-31.
NIE H. Study on the influence of sample factor on sample representativeness[J]. Science and Technology Innovation, 2020(2):30-31.
- [11] KIRAN, BHARTI R, SHARMA R. Effect of heavy metals: An overview[J]. Materials Today: Proceedings, 2021(2).
- [12] MALAGUTTI K S, SILVA A, BRAGA H C, et al. Environmental toxicology and pharmacology[J]. Environmental Toxicology & Pharmacology, 2008, 27(2): 293-297.
- [13] 食品安全国家标准 食品中污染物限量:GB 2762—2022[S]. National standards for food safety Limit of contaminants in food: GB 2762—2022[S].
- [14] 食品安全国家标准 食品中多元素的测定:GB 5009.268—2016[S]. National standards for food safety Determination of multielements in foods: GB 5009.268—2016[S].
- [15] 伍燕湘,周明慧,张洁琼,等.稀酸提取-ICP-MS法快速测定大米中锰、铜、锌、铅、镉、铷、铯的含量[J].中国粮油学报,2019,34(2):112-117.
WU Y X, ZHOU M H, ZHANG J Q, et al. Rapid detection of Cd, Mn, Pb, Cu, Rb and Sr in rice using diluted acid extraction method by ICP-MS method[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2019, 34(2): 112-117.
- [16] ZHOU M, WU Y, ZHANG J, et al. Development and collaborative study of a diluted acid mild extraction method for determination of cadmium in grain by graphite furnace atomic absorption spectrometry[J]. Analytical sciences: the international journal of the Japan Society for Analytical Chemistry, 2019, 35(3): 283-287. ㊞

备注:本文的彩色图表可从本刊官网(<http://lyspkj.ijournal.cn>)、中国知网、万方、维普、超星等数据库下载获取。